(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENTSCHRIFT

(12) Ausschließungspatent

(11) DD 294 427 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) B 01 J 19/18
C 08 F 2/04
B 01 F 7/00

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD B 01 J / 340 841 7 (22) 21.05.90 (44) 02.10.91

(71) Buna AG, O - 4212 Schkopau, DE
(72) Lipp, Roland, Dr. Dipl.-Ing.; Hamann, Bernd, Dr. Dipl.-Chem.; Zimmermann, Lutz, Dipl.-Ing.; Fischer, Joachim, Dipl.-Ing.; Lazer, Ingolf, Dipl.-Ing.; Dörrer, Gunter, Dipl.-Ing., DE
(73) Buna AG, O - 4212 Schkopau; Technische Hochschule, O - 4200 Merseburg, DE

(54) Rührkesselreaktor zur Herstellung hochviskoser Polymerer

(55) Reaktor; Polymerisation; Wärmeabfuhr; Styren-Acrylnitril-Copolymerisat; Molekulargewichtsverteilung; Hohlzylinder; Einsteckrohr; Einlaßöffnung; Mischbereich; Verteilungsbereich

(57) Die Erfindung betrifft einen Rührkesselreaktor zur Durchführung von Polymerisationsreaktionen in hochviskosen Reaktionsmedien und bei hohen Reaktionsgeschwindigkeiten. Durch die Verwendung eines kühlbaren Einsteckrohres in einem beidseitig mit Förderelementen ausgerüsteten Hohlzylinder-Rührer mit der erfindungsgemäßen Anordnung der Einlaßöffnungen, Misch- und Verteilungsbereiche wird die Durchmischung und Homogenität der Reaktionsmasse sowie die Wärmeabfuhr verbessert. Die Polymerisation wird sicher beherrscht; es werden Polymere hoher Einheitlichkeit erzeugt.

ISSN 0433-6461

5 Seiten

Patentanspruch:

Rührkesselreaktor zur kontinuierlichen oder halbkontinuierlichen Herstellung von Polymeren aus ungesättigten Monomeren unterschiedlicher Reaktivitäten, ggf. in Gegenwart von Elasten und Hilfsstoffen nach der Massepolymeristionstechnologie bei hohen Reaktionsgeschwindigkeiten, hohen Zähigkeiten und kurzen, mittleren Verweilzeiten der Reaktionsmasse im Reaktor, bestehend aus temperierbarem Reaktormantel, feststehendem Einsteckrohr und einem zentralsymmetrisch angeordnetem Rotor, der aus einer Rotorwelle, einem Joch und einem Rührerzylinder besteht, oben und unten offen ist, sich in Achsrichtung der Rotorwelle vom Reaktorboden bis zum Reaktordeckel erstreckt, und im Ringraum zwischen dem Rührerzylinder und dem Reaktormantel und im Ringraum zwischen dem Rührerzylinder und dem Einsteckrohr Rührerwendeln aufweist und der Einlaßöffnungen an Reaktordeckel, Reaktorboden, Rotorwelle und/oder Einsteckrohr und Auslaßöffnungen besitzt, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Einlaßöffnung an der Rotorwelle derart gestaltet ist, daß nacheinander ein Produkteinlaßstutzen, eine ringförmige Verteilungskammer und ein Ringspalt mit Rückführgewinde an der Rotorwelle angeordnet sind, die Flächenverhältnisse der Einlaßöffnungsquerschnitte von Deckel, Boden und Einsteckrohr zueinander zwischen 0,7 und 1,8 liegen und daß die Querschnittsfläche der Einlaßöffnung an der Rotorwelle maximal 0,8mal der Größe der Querschnittsfläche der jeweils anderen Einlaßöffnungen beträgt und daß die Auslaßöffnungen im Reaktordeckel und mindestens 17° versetzt zueinander angeordnet sind und den gleichen Durchmesser besitzen.

Hierzu 2 Seiten Zeichnungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft einen Rührkesselreaktor zur Herstellung hochviskoser Polymerer aus ungesättigten Monomeren, gegebenenfalls in Gegenwart von Elasten und Hilfsstoffen, durch Masse- oder Lösungspolymerisation.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Es ist bekannt, daß bei der Herstellung von Polymerisaten nach der Massepolymerisations-Technologie ohne bzw. unter Verwendung von wenig Lösungsmittel bei hohen Umsätzen infolge der stark ansteigenden Viskosität der Reaktionsmischung Schwierigkeiten bezüglich der Durchmischung, der Förderung, der Wärmeabfuhr und der schnellen Einmischung der im allgemeinen niederviskoseren Einsatzstoffe auftreten, die die Beherrschung des Prozesses erschweren. Zur Lösung dieser Probleme werden z.B. Rührkesselreaktoren mit kühlbarem Einsteckrohr und Rohrbündelwärmeübertrager im Ringraum zwischen Rührer und Reaktorwand vorgeschlagen, bei denen die Rührerschnecken mit Leitrohr als Mischorgane verwendet werden (US 3679561, GB 1238943, GB 1404163). Diese Reaktoren ermöglichen zwar wärmetechnisch hohe Umsätze, können aber die Ausbildung stagnierender Bereiche, insbesondere in den Rückförderräumen zwischen Reaktormantel und Leitrohr, nicht vermeiden.
Spezialreaktoren mit einer oder mehreren Schnecken werden mit wachsender Produktviskosität immer extruderähnlicher und damit teurer (DD 57700, DE-AS 1719321, DE-OS 2160410, US 3953002, EP 0202826, EP 0222599, EP 0160570, EP 0189507, EP 0274668).
Diese Reaktoren gewährleisten zwar eine gute Einmischung der niederviskosen Einsatzstoffe in die hochviskose Reaktionsmasse, besitzen jedoch nur ein begrenztes Reaktionsvolumen und sind wegen der fehlenden Rückvermischung für zahlreiche Polymerisate aus Qualitätsgründen nur bedingt geeignet.
Bekannt ist weiterhin ein Verfahren zu Einmischung der Einsatzstoffe in die Reaktionsmasse und zur Verbesserung der Wärmeabfuhr, bei dem die Einsatzstoffe und kondensierte Monomerbrüden mit einem Teil des Reaktionsproduktes außerhalb des Rührkesselreaktors in einem statischen oder dynamischen Mischer homogenisiert werden und das so erhaltene Gemisch dem Reaktor zugeführt wird (DE OS 2343871). Nachteilig ist hierbei, daß eine zusätzliche Schmelzpumpe nebst Rohrleitungen und Mischvorrichtungen für das Auskreisen und Wiedereinspeisen eines Teils des Reaktionsproduktes benötigt werden und daß die Siedekühlung speziell bei Monomergemischen zu einer Beeinträchtigung der Produktqualität wegen der unterschiedlichen Zusammensetzung von Reaktionsmasse und Gasraum führt.
In DD 144064 wird ein Reaktor beschrieben, der mit einem wandgängigen Wendelrührer und zentralem Rückströmkanal (Hohlwelle) ausgerüstet ist. In US 4007016 ist gleichfalls ein Reaktor mit zentralem Rückströmkanal beschrieben, wobei sich bei diesem zusätzliche wendelförmige Statikmischer im Rückströmkanal befinden. Beide Reaktoren besitzen mit den Rückströmkanälen schlecht durchmischte Gebiete.
EP 0202706 beschreibt einen Rührkesselreaktor für kontinuierliche Massepolymerisationen mit Einsteckrohr, der einen Schneckenband- und einen Propellerrührer für die Kreislauf- und Mischprozesse besitzt. Dieser Reaktor ist für kontinuierliche Polymerisationsprozesse mit hoher Reaktionsgeschwindigkeit, hoher Wärmeentwicklung und kurzen Verweilzeiten wegen größerer, nicht gerührter Volumenanteile und der damit verbundenen Nachteile in der Wärmeabführung über die Wand, der Gefahr der Bildung von Ausscheidungen in diesen Bereichen sowie einer nicht homogenen Reaktionsmasse nicht bzw. nur sehr begrenzt geeignet.

Aus gleichen Gründen ungeeignet für schnelle Polymerisationsprozesse in hochviskosen Reaktionsmischungen sind Rührreaktoren mit an der Welle angebrachten Rührerermen, die in Wandnähe des Reaktors an diesen Armen angebrachte Rührelemente besitzen (DE 3332069) bzw. zur Zirkulation bei entsprechend komplizierter Rührerkonfiguration noch einen separaten Propellerrührer aufweisen (DD 230157).
Der in DD 246038 beschriebene Reaktor ist grundsätzlich zur Herstellung von Polymeren in hochviskosen Reaktionsgemischen bei hohen Reaktionsgeschwindigkeiten geeignet, besitzt aber noch Mängel bezüglich einer genügend schnellen Einmischung der niedrigviskosen Einsatzmischung in die hochviskose Reaktionsmasse.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, die Bedingungen bei der Herstellung von Polymeren aus Monomeren unterschiedlicher Reaktivitäten nach der Masse- oder Lösungspolymerisationstechnologie so zu verbessern, daß auch bei hohen Polymerisationsgeschwindigkeiten die Polymerisation sicher beherrscht wird und molekular einheitliche Copolymere mit gewünschten Eigenschaften erhalten werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen Rührkesselreaktor zur kontinuierlichen Herstellung von Polymeren, bestehend aus temperierbarem Reaktormantel, feststehendem Einsteckrohr und einem zentralsymmetrisch angeordnetem Rotor, der aus einer Rotorwelle, einem Joch und einem Rührerzylinder besteht, oben und unten offen ist, sich in Achsrichtung der Rotorwelle vom Reaktorboden bis zum Reaktordeckel erstreckt, und im Ringraum zwischen dem Rührerzylinder und dem Reaktormantel und im Ringraum zwischen dem Rührzylinder und dem Einsteckrohr Rührerwendeln aufweist und der Einlaßöffnungen an Reaktordeckel, Reaktorboden, Rotorwelle und/oder Einsteckrohr und Auslaßöffnungen besitzt so zu gestalten, daß auch bei Viskositäten der Reaktionsmasse bis 1000 Pas und kleinen mittleren Verweilzeiten die niedrigviskosen Ausgangsstoffe besonders schnell in die hochviskose Reaktionsmasse eingemischt werden, eine verbesserte Durchmischung und Isothermie der Reaktionsmasse, eine sichere Ableitung der Reaktionswärme und ein ausscheidungsfreier Betrieb gewährleistet sind.
Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Einlaßöffnung an der Rotorwelle derart gestaltet ist, daß nacheinander ein Produkteinlaßstutzen, eine ringförmige Verteilungskammer und ein Ringspalt mit Rückführgewinde an der Rotorwelle angeordnet sind, die Flächenverhältnisse der Einlaßöffnungsquerschnitte von Deckel, Boden und Einsteckrohr zueinander zwischen 0,7 und 1,8 liegen und daß die Querschnittsfläche der Einlaßöffnung an der Rotorwelle maximal 0,8mal der Größe der Querschnittsfläche der jeweils anderen Einlaßöffnungen beträgt und daß die Auslaßöffnungen im Reaktordeckel und mindestens 17° versetzt zueinander angeordnet sind und vorzugsweise den gleichen Durchmesser besitzen.
Durch die Verwendung mehrerer Ein- und Auslaßöffnungen innerhalb der angegebenen Verhältnisbereiche in Verbindung mit der Gesamtkonfiguration des Reaktors wird erreicht, daß auch bei hohen Reaktionsgeschwindigkeiten, kurzen Verweilzeiten und damit hohen Durchsatzleistungen im Reaktor ständig eine weitgehend homogene und isotherme Reaktionsmasse vorliegt. Schlieren- und Kanalbildung niedrigviskoser Zulaufgemischanteile oder große Temperaturgradienten mit der Folge der Verschlechterung der molekularen Einheitlichkeit sowie der Gefahr der Bildung lokaler Ausscheidungen im Reaktor werden vermieden. Die für die Wärmebilanz solcher Reaktoren wichtige Kühlkapazität des kalten Zulaufs des Einsatzgemisches wird vollständiger ausgenutzt, ohne daß Anteile direkt an der heißen Reaktorwand erwärmt werden bzw. die Erzeugung von Polymeren mit veränderten Molmassen verursachen.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend näher erläutert werden.
In der dazugehörigen Zeichnung zeigen

Fig. 1: Seitenansicht Rührkesselreaktor
Fig. 2: Einlaßöffnung an der Rotorwelle.

Fig. 1 zeigt einen Rührkesselreaktor mit den Wärmeträgerölеintrittsstutzen a, b und den Wärmeträgerölaustrittsstutzen c, d sowie den Einlaßöffnungen 1, 2, 3 und den Auslaßöffnungen 4, 5. Durch die Stutzen a, b, c und d erfolgt die Temperierung des Reaktors. Die spezielle Anordnung der Einlaßöffnungen 1, 2 und 3 bewirkt eine gezielte Verteilung des Einsatzgemisches im Reaktionsgemisch.
Fig. 2 illustriert die Einlaßöffnung 1 an der Rotorwelle 7. Durch den Einlaßstutzen 6, die ringförmige Verteilungskammer 8 und das Rückführgewinde 9 erfolgt die Einsatzgemischzufuhr in den Reaktor. Damit werden eine gute Verteilung des Einsatzgemisches und eine Spülung des Rückführgewindes erreicht sowie Toträume bzw. stagnierende Schichten im Bereich um die Rotorwelle vermieden.

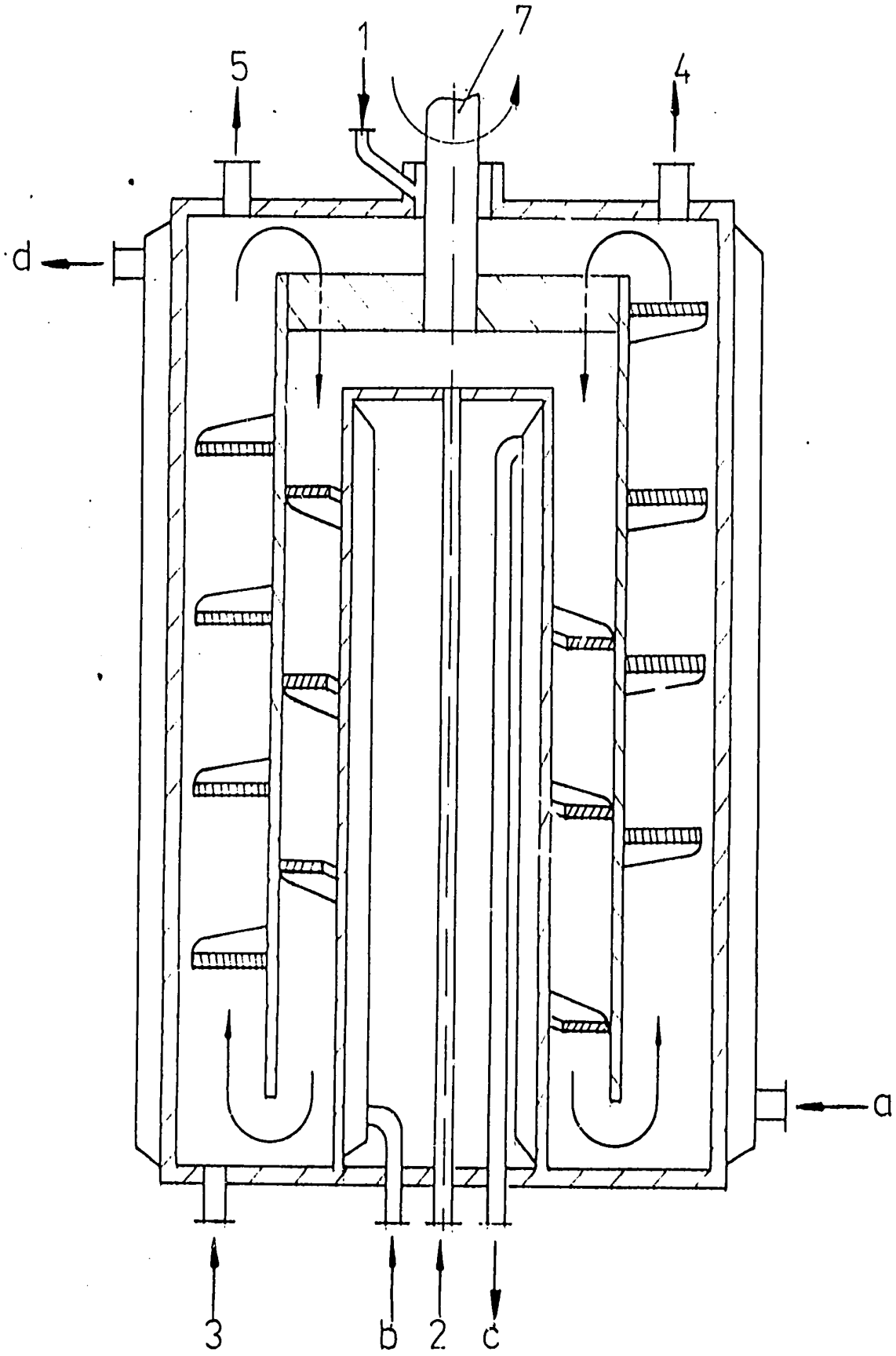

Fig. 1

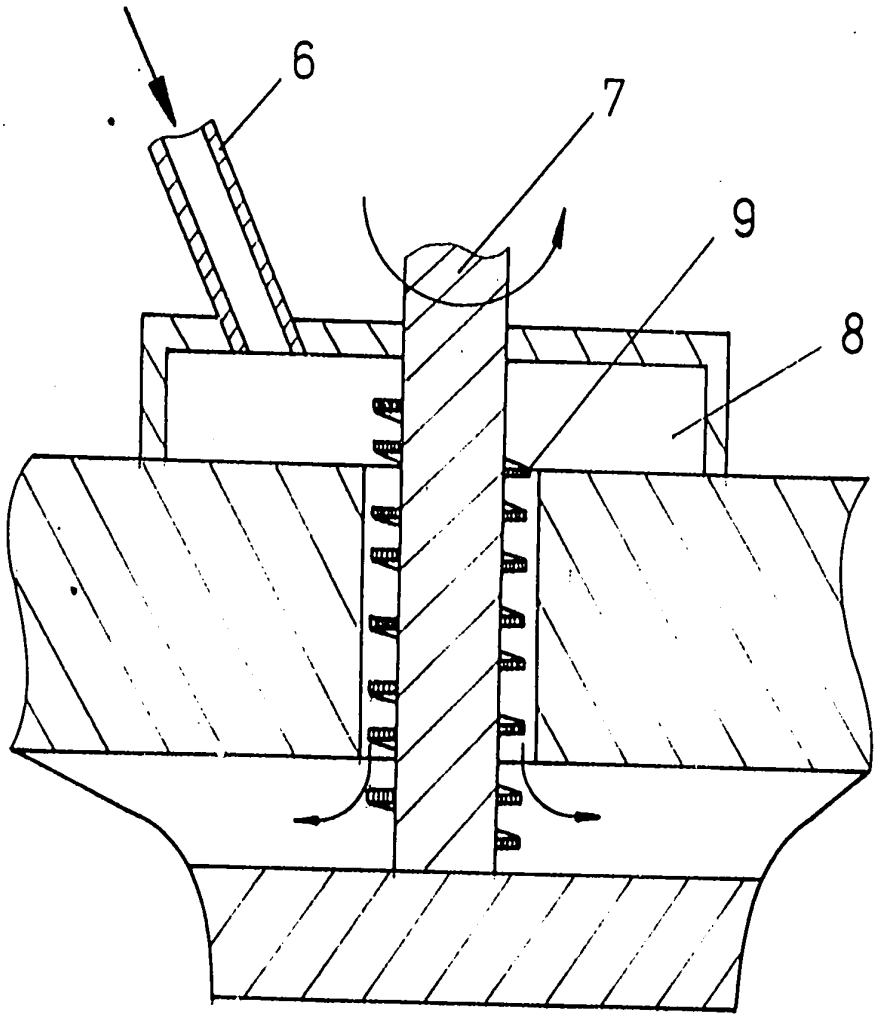

Fig. 2